

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Yoshinori ISHIDA

GAU:

SERIAL NO: NEW APPLICATION

EXAMINER:

FILED: Herewith

FOR: METHOD OF FABRICATING OPTICAL FIBER PREFORM AND METHOD OF FABRICATING OPTICAL FIBER

REQUEST FOR PRIORITY

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS
WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Japan	2000-380665	December 14, 2000

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
(B) Application Serial No.(s)
- ☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Bradley D. Lytle
Registration No. 40,073

C. Irvin McClelland
Registration Number 21,124



22850

Tel. (703) 413-3000
Fax. (703) 413-2220
(OSMMN 10/98)



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

JC979 U.S. PTO
09/982015
10/19/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年12月14日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-380665

出 願 人

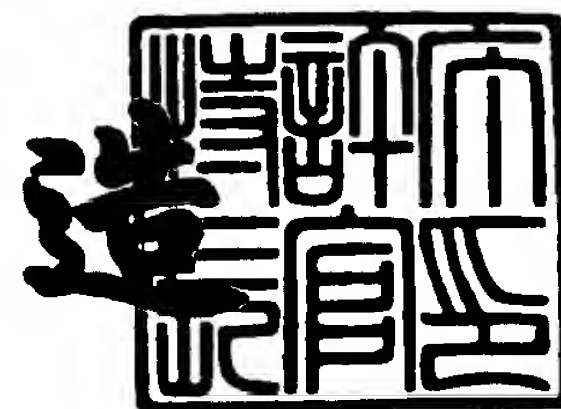
Applicant(s):

古河電気工業株式会社

2001年 6月28日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3060976

【書類名】 特許願

【整理番号】 A00197

【提出日】 平成12年12月14日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C03B 37/012
G02B 6/00

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古河電気工業株式会社内

【氏名】 石田 禎則

【特許出願人】

【識別番号】 000005290

【氏名又は名称】 古河電気工業株式会社

【代表者】 古河 潤之助

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 005267

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光ファイバ母材の製造方法および光ファイバの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 気相軸堆積法により、コア（外径： d ）を囲むように第 1 クラッド（外径： D ）を堆積させ、 $D/d \geq 4.0$ である多孔質コアロッドを形成する工程と、
前記多孔質コアロッドを脱水して水酸基の濃度を重量比で 0.8ppb 以下にし、その後、透明化してコアロッドを形成する工程と、
前記透明化したコアロッドを加熱して延伸する工程と、
前記延伸したコアロッドの周囲に気相堆積法で多孔質第 2 クラッドを堆積させる工程と、
前記多孔質第 2 クラッドを水酸基の濃度が重量比で 50ppm 以下になるように脱水し、その後、透明化する工程と
を有することを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 2】 多孔質第 2 クラッドを、密度が中心から離れるにつれて低下するように堆積させることを特徴とする請求項 1 記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 3】 請求項 1 または 2 記載の光ファイバ母材の製造方法で製造した光ファイバ母材を線引きした後、重水素ガス雰囲気中に所定時間保持することを特徴とする光ファイバの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、約 1.3～1.6 μm の波長領域で低損失かつシングルモード伝送を行う光ファイバ母材の製造方法および光ファイバの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

光通信の伝送網として、特に加入者網を中心に、波長 1.31 μm 帯にゼロ分

散波長を有するシングルモード光ファイバが世界中に布設されている。最近では、通信情報量が飛躍的に増大するのに伴い、波長多重伝送の時代を迎えている。波長多重（WDM）伝送は、光通信の波長が一波長ではなく、複数の波長に分割して複数の光信号を伝送する方式であり、大容量高速通信に適した光伝送方式である。

ところで、従来のシングルモード光ファイバでは、 $1.36 \sim 1.43 \mu\text{m}$ の波長帯において、水酸（OH）基の光吸収（吸収ピーク波長は $1.24 \mu\text{m}$ と $1.38 \mu\text{m}$ に存在する）により伝送損失が大きくなるため、WDM伝送用の波長は、 $1.31 \mu\text{m}$ 帯及び $1.55 \mu\text{m}$ 帯に制限されていた。最近になり、シングルモード光ファイバのこのような問題を解消し、 $1.36 \sim 1.43 \mu\text{m}$ の波長帯における吸収ピークを小さくした光ファイバを使用し、約 $1.3 \sim 1.6 \mu\text{m}$ の全波長を利用したWDM伝送方式が提案されている。

【0003】

このような光ファイバの母材を製造する方法として、例えば以下のような方法が提案されている（特開平11-171575号公報参照）。即ち、

- 1) 先ず、気相軸堆積（VAD）法でコアを薄い第1クラッドで被覆した多孔質コアロッドを作製する。
- 2) 次いで、前記多孔質コアロッドに脱水処理、焼結処理を施した後、加熱して延伸する。
- 3) その後、エッチング処理により、前記コアロッドの表面に存在する水酸基を除去する。
- 4) このようにして水酸基濃度を低くしたコアロッドを、水酸基濃度を低くしたクラッド被覆用ガラス管に挿入し、加熱により前記ガラス管をつぶして、十分な厚さのクラッドを有する光ファイバ母材を形成する。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上述の光ファイバ母材の製造方法には以下のような問題があった。即ち、

- 1) コアロッドの表面をエッチング処理して、前記コアロッドの表面に存在する

水酸基を除去するが、そのためにプラズマエッチング装置などの設備費用を要するとともに、工数の増加にともない加工コストも増加する。

2) コアロッドをクラッド被覆用ガラス管に挿入することにより、十分な厚さのクラッドを形成しているが、コアロッドの第1クラッドの厚さを薄くするほど、コアへの影響を防ぐために、クラッド被覆用ガラス管の水酸基濃度を低くする必要がある。しかしながら、低い水酸基濃度のクラッド被覆用ガラス管を製造することは容易ではない。

また、上記光ファイバ母材から作製した光ファイバを高エネルギーの放射線環境下もしくは H_2 イオン雰囲気下などで用いると、製造時の微少な欠陥（例えば過酸化ラジカルなど）が原因で、 $1.36 \sim 1.43 \mu m$ 波長帯の伝送損失が増加するという問題があった。

【0005】

本発明は上記問題を解決し、 $1.36 \sim 1.43 \mu m$ 波長帯における吸収ピークを小さくし、 $1.25 \sim 1.60 \mu m$ の全波長を利用してWDM伝送を行うに好適な光ファイバ母材を、大型に、かつ生産性よく安価に製造する方法と、高エネルギーの放射線環境下もしくは H_2 雰囲気下などで使用しても、 $1.36 \sim 1.43 \mu m$ 波長帯における伝送損失の増加を防ぐことができる光ファイバの製造方法を提供するものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明は上記問題点を解決すべくなされたもので、請求項1記載の発明は、気相軸堆積法により、コア（外径： d ）を囲むように第1クラッド（外径： D ）を堆積させ、 $D/d \geq 4.0$ である多孔質コアロッドを形成する工程と、前記多孔質コアロッドを脱水して水酸基の濃度を重量比で 0.8 ppb 以下にし、その後、透明化してコアロッドを形成する工程と、前記透明化したコアロッドを加熱して延伸する工程と、前記延伸したコアロッドの周囲に気相堆積法で多孔質第2クラッドを堆積させる工程と、前記多孔質第2クラッドを水酸基の濃度が重量比で 50 ppm 以下になるように脱水し、その後、透明化する工程とを有することを特徴とする光ファイバ母材の製造方法である。

【 0 0 0 7 】

また、請求項 2 記載の発明は、請求項 1 記載の光ファイバ母材の製造方法において、多孔質第 2 クラッドを、密度が中心から離れるにつれて低下するように堆積させることを特徴とするものである。

【 0 0 0 8 】

さらに、請求項 3 記載の発明は、請求項 1 または 2 記載の光ファイバ母材の製造方法で製造した光ファイバ母材を線引きした後、重水素ガス雰囲気中に所定時間保持することを特徴とする光ファイバの製造方法である。

【 0 0 0 9 】

請求項 1 記載の発明は、 $1.25 \sim 1.60 \mu\text{m}$ の全波長を利用して WDM 伝送を行うのに好適な大型の光ファイバ用の母材を、生産性よく気相堆積法のみで製造する条件を、鋭意実験的に検討して求めたものである。その製造工程は上述のように、

1) 先ず、気相軸堆積法により、コア（外径： d ）を囲むように第 1 クラッド（外径： D ）を堆積させ、脱水工程で水酸基濃度を 0.8 ppb （ $1.36 \sim 1.43 \mu\text{m}$ の波長帯における光吸収が $1.31 \mu\text{m}$ 帯における光吸収と同程度に小さくなる水酸基濃度）以下にして、コアロッドを形成する。

2) 次いで、前記コアロッド上に第 2 クラッドを堆積させ、脱水工程で水酸基濃度を低下させ、十分な厚さのクラッドを形成する。

【 0 0 1 0 】

以上の工程において、 D/d は、第 2 クラッドからコアに水酸基が拡散する程度を示す指標となるものである。 D/d が大きいと、コアに水酸基が拡散しにくくなるため、この点では D/d が大きい望ましい。一方、 D が設備的に制約される中で、 D/d を大きくすると、相対的にコア径 d が小さくなるため、大型な光ファイバ母材を製造するためには、 D/d は小さいことが望ましい。

そこで、長い光ファイバの線引きを可能にするために、コア径 d をできるだけ大きくし、かつコアの水酸基濃度を重量比で 0.8 ppb 以下にする D/d と第 2 クラッドの水酸基濃度を実験的に求めた。

その結果、第 2 クラッドの水酸基濃度を重量比で 50 ppm にしたとき、コア

の水酸基濃度を 0.8 p p b 以下に維持するためには、 D/d を 4 以上にすればよいことがわかった。言い換えると、コア径 d を $D/4$ (D は製造装置によって制約を受ける) まで大きくできることがわかった。

【0011】

また、請求項 2 記載の発明のように、多孔質第 2 クラッドを、密度が中心から離れるにつれて低下するように堆積させると、脱水工程で水酸基が除去されやすくなる。

【0012】

さらに、請求項 3 記載の発明は、請求項 1 または 2 記載の光ファイバ母材の製造方法で製造した光ファイバ母材を線引きして光ファイバとした後、重水素ガス (D_2) 雰囲気中に所定時間保持すると、製造時に生じた欠陥 (例えば過酸化ラジカルなど) が OD 基で置換され、高エネルギーの放射線環境下もしくは H_2 雰囲気下などで用いても、光ファイバの水酸基の増加を防止できるという新しい知見に基づくものである。また、この OD 基の光吸収ピークは $1.26 \mu m$ および $1.66 \mu m$ に存在し、光通信で使用する波長帯 (例えば $1.3 \sim 1.6 \mu m$) にはないため、このような処理をした光ファイバは、 $1.36 \sim 1.43 \mu m$ 波長帯の伝送損失が増加することはない。

【0013】

【発明の実施の形態】

以下、図面に基づいて本発明の実施の形態を詳細に説明する。

本実施形態の製造工程は以下の通りである。即ち、

1) 気相軸堆積法による多孔質コアロッド作製工程

図 1 に示すように、反応容器 11 の中で、回転かつ引き上げ可能な種棒表面に、ガラス微粒子を堆積成長させ、多孔質コアロッド 1 を作製する。

コアバーナー 12 には、燃料 (例えば酸素、水素) および原料 (例えば $SiCl_4$ 、及び $GeCl_4$) を投入する。また、クラッドバーナー 13 には、燃料 (例えば酸素、水素) 及び原料 (例えば $SiCl_4$) を投入する。このようにして、コア 2 へ Ge をドーピングすることにより、コア 2 の屈折率を第 1 クラッド 3 より高くする。

本工程において、コア 2 の外径 d を 3 0 m m、第 1 クラッド 3 の外径 D を 1 5 0 m m 程度にし、 D/d を約 5 に設定する。

【 0 0 1 4 】

2) 脱水工程

次いで、前記多孔質コアロッド 1 を、およそ 1 2 0 0 °C の温度で、He に塩素またはフッ素を添加した脱水酸基雰囲気（酸素を添加してもよい）中に保持して脱水し、内部の水酸基および不純物を減少させる。この工程により、水酸基の濃度を重量比で 0. 8 p p b 以下にすることができる。

【 0 0 1 5 】

3) ガラス化工程

その後、He 雰囲気で、必要に応じて、塩素またはフッ素を添加し、およそ 1 4 0 0 °C ~ 1 5 0 0 °C の温度で焼結し、外径約 8 0 m m の透明なコアロッドを作製する。

この工程により、コアロッドの水酸基濃度を、重量比で 0. 8 p p b 以下に維持することが可能となる。

【 0 0 1 6 】

4) 延伸工程

次いで、図 2 に示すように、電気炉 1 4 を用いて上記コアロッド 4 の延伸を行う。そして、電気炉 1 4 を不活性雰囲気で満たし、約 1 8 0 0 ~ 2 0 0 0 °C の温度にする。この状態で、コアロッド 4 の両端をチャック 1 5、1 5 にて把持し、電気炉 1 4 を上昇させながら、下端のチャック 1 5 を下降させてチャック 1 5、1 5 間の距離を大きくして行くことで、コアロッド 4 を延伸、縮径し、コアロッド 4 の外径を約 8 0 m m から約 2 5 m m にする。なお、1 4 a はヒーター、1 6 は、延伸されたコアロッド 4 の外径を測る外径測定器である。

なお、この工程では電気炉を用いるため、火炎による延伸のように水酸基は発生しないので、コアロッド 4 の水酸基濃度が増加することはない。

【 0 0 1 7 】

5) 気相堆積法による多孔質第 2 クラッド作製工程

次に、図 3 に示すように、延伸後のコアロッド 4 （およそ外径 2 5 m m、長さ

1 0 0 0 mm) を垂直に回転保持する。そして、燃料（酸素と水素からなる）に原料である SiCl_4 添加し、バーナー 1 7 によりガラス微粒子を吹き付けて、外径 1 6 0 mm の多孔質第 2 クラッド 5 を形成する。バーナー 1 7 は、コアロッド 4 と平行な直線上を、上下に昇降し、コアロッド 4 全長に渡って均一にガラス微粒子を付着させて行く。

多孔質第 2 クラッド 5 の合成速度は、例えば、1 本のバーナー 1 7 で、水素 2 0 0 slm、酸素 1 0 0 slm、 SiCl_4 7 0 g/min、バーナー 1 7 の昇降速度 5 0 0 mm/min において、2 0 g/min であった。

上述のように、本工程では、容易に大きな多孔質第 2 クラッド 5 を高速で形成することができる。

なお、使用するバーナー 1 7 は 1 本でもよいが、複数本にすると、より高速での合成が可能になる。また、半径方向の密度分布は、燃料および原料の流量、バーナーの昇降速度、コアロッド 4 の回転数を変えることにより任意に制御できる。この密度分布は、以下に述べる理由により、コアロッド 4 から離れるに従って低下するような密度分布が好ましい。

【 0 0 1 8 】

6) 脱水工程

次に、得られた多孔質第 2 クラッド 5 を、He 中に塩素を添加した雰囲気中で約 1 2 0 0 °C に加熱保持し、多孔質体中の水酸基および不純物を取り除き、水酸基濃度を 5 0 ppm 以下にする。この際、先の多孔質第 2 クラッド作製工程において、脱水が効率的に行えるような密度分布、好ましくは、コアロッド 4 から離れるに従って密度が低下するような密度分布しておく、と、効率よく水酸基濃度を下げることができる。

【 0 0 1 9 】

7) ガラス化工程

多孔質第 2 クラッド 5 を脱水後に、He に塩素またはフッ素を添加した雰囲気中で、さらに 1 4 0 0 ~ 1 5 0 0 °C で焼結し、外径約 1 0 0 mm の透明な光ファイバ母材を形成する。

【 0 0 2 0 】

なお、第2クラッドの重量は、コアロッドに比べて15倍程度になる。そのため、多孔質第2クラッドの密度を多孔質コアロッドと同程度にすると、多孔質第2クラッドの外径が非常に大きくなり、設備上、実用的でないので、多孔質コアロッドの密度の約3倍程度にする。

また、多孔質第2クラッドの密度は多孔質コアロッドよりも大きくなっている。ので、脱水工程において水酸基の除去効率は低下し、第2クラッドの水酸基濃度は、コアロッドよりは高くなる。しかしながら、第2クラッドの水酸基濃度を50ppm以下にすれば、 D/d が4.0以上では、 $1.36 \sim 1.43 \mu\text{m}$ の波長帯において実用上問題となる伝送ロスが生じなかった。

【0021】

上記製造工程で得られた光ファイバ母材の先端部を約2000℃に加熱し、線引きして、 $125 \mu\text{m}$ 径の光ファイバを得た。なお、この工程において、表面を保護して実用的な機械的強度を得るために、一般的な樹脂被覆を施した。

このようにして製造された光ファイバでは、図4に示すように、 $1.36 \sim 1.43 \mu\text{m}$ 帯において伝送損失のピークは生じなかった。

【0022】

次に、上記光ファイバをほぼ100%の D_2 の常温大気圧雰囲気中に、1時間保持した。このような D_2 処理を施した光ファイバを、約1%の水素を含む常温の窒素雰囲気に4日間保持した後、伝送損失スペクトルを測定した。その結果を図5に示す。図5からわかるように、 D_2 処理を施した光ファイバは、 $1.36 \sim 1.43 \mu\text{m}$ 帯において、伝送損失のピークは生じなかった。一方、 D_2 処理を施さない光ファイバを同じ条件で水素雰囲気中に4日間保持したところ、図5に示すように、 $1.36 \sim 1.43 \mu\text{m}$ 帯において、伝送損失の増加が認められた。

【0023】

上述のように、本実施形態の光ファイバ母材から得られた光ファイバに D_2 処理を施すと、水素雰囲気中に曝しても $1.36 \sim 1.43 \mu\text{m}$ 帯において伝送損失のピークは生じることはなかった。なお、 D_2 処理の際の D_2 の濃度、温度、圧力、時間は上記条件に限定されることはない。

【 0 0 2 4 】

なお、幅広い波長範囲で使用可能な上記光ファイバにおいては、ゼロ分散波長を利用波長領域（約 $1.3 \sim 1.6 \mu\text{m}$ ）のほぼ中間、例えば $1.4 \sim 1.5 \mu\text{m}$ 付近に位置させることが好ましいことは、言うまでもない。

また、本実施形態の光ファイバは、 $1280 \sim 1600 \text{ nm}$ の波長領域で良好な伝送特性を示していた。

【 0 0 2 5 】

【発明の効果】

以上説明したように請求項 1 記載の発明によれば、シングルモード光ファイバで、例えば $1280 \sim 1600 \text{ nm}$ の波長領域で望ましい伝送特性を有する光ファイバ母材を、生産性よく、大型に製造することができるという優れた効果がある。

また、請求項 2 記載の発明によれば、多孔質第 2 クラッドの脱水工程で水酸基が除去されやすくなり、光ファイバ母材の生産性が一層向上するという優れた効果がある。

さらに、請求項 3 記載の発明によれば、高エネルギーの放射線環境下もしくは H_2 雰囲気下などで用いても、 $1.36 \sim 1.43 \mu\text{m}$ 波長帯の伝送損失が増加することのない光ファイバが得られるという優れた効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明に係る光ファイバ母材の製造方法の一実施形態の多孔質コアロッドの形成工程の説明図である。

【図 2】

上記実施形態の延伸工程の説明図である。

【図 3】

上記実施形態における多孔質第 2 クラッドの形成工程の説明図である。

【図 4】

上記実施形態で作製された光ファイバ母材から得られた光ファイバの伝送損失スペクトルを示す図である。

【図 5】

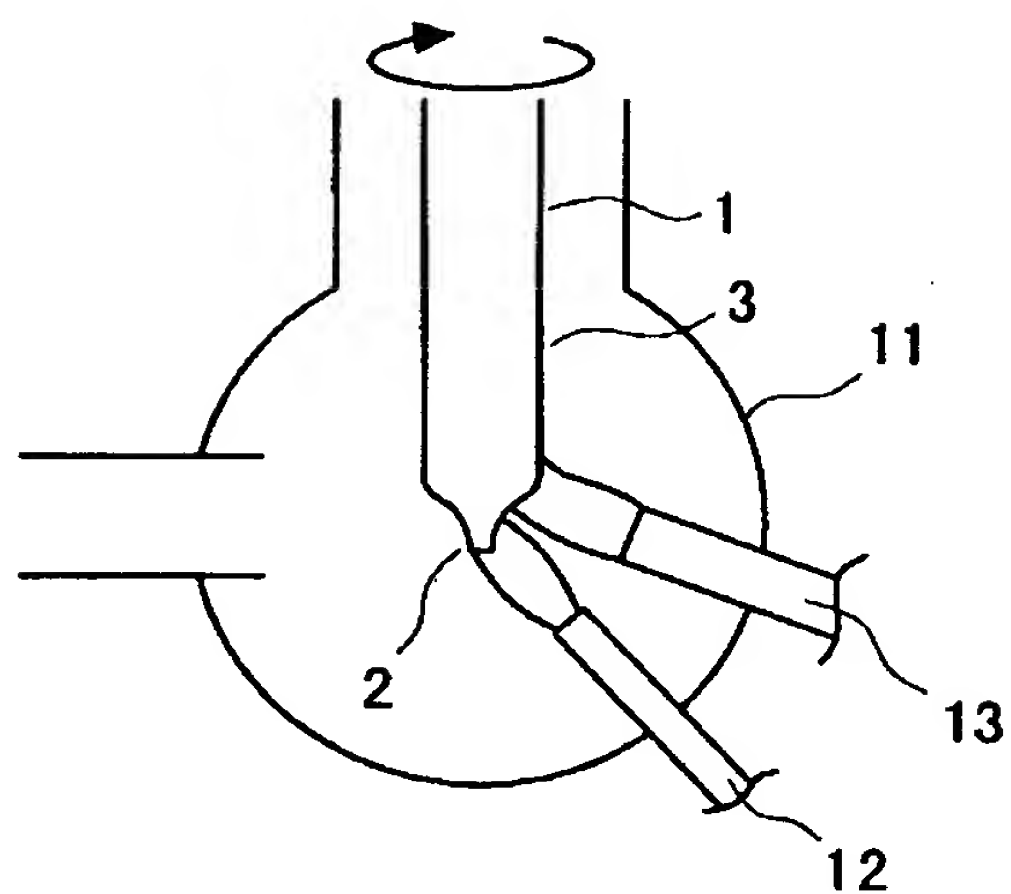
上記光ファイバの水素雰囲気中に保持した後の伝送損失スペクトルを示す図である。

【符号の説明】

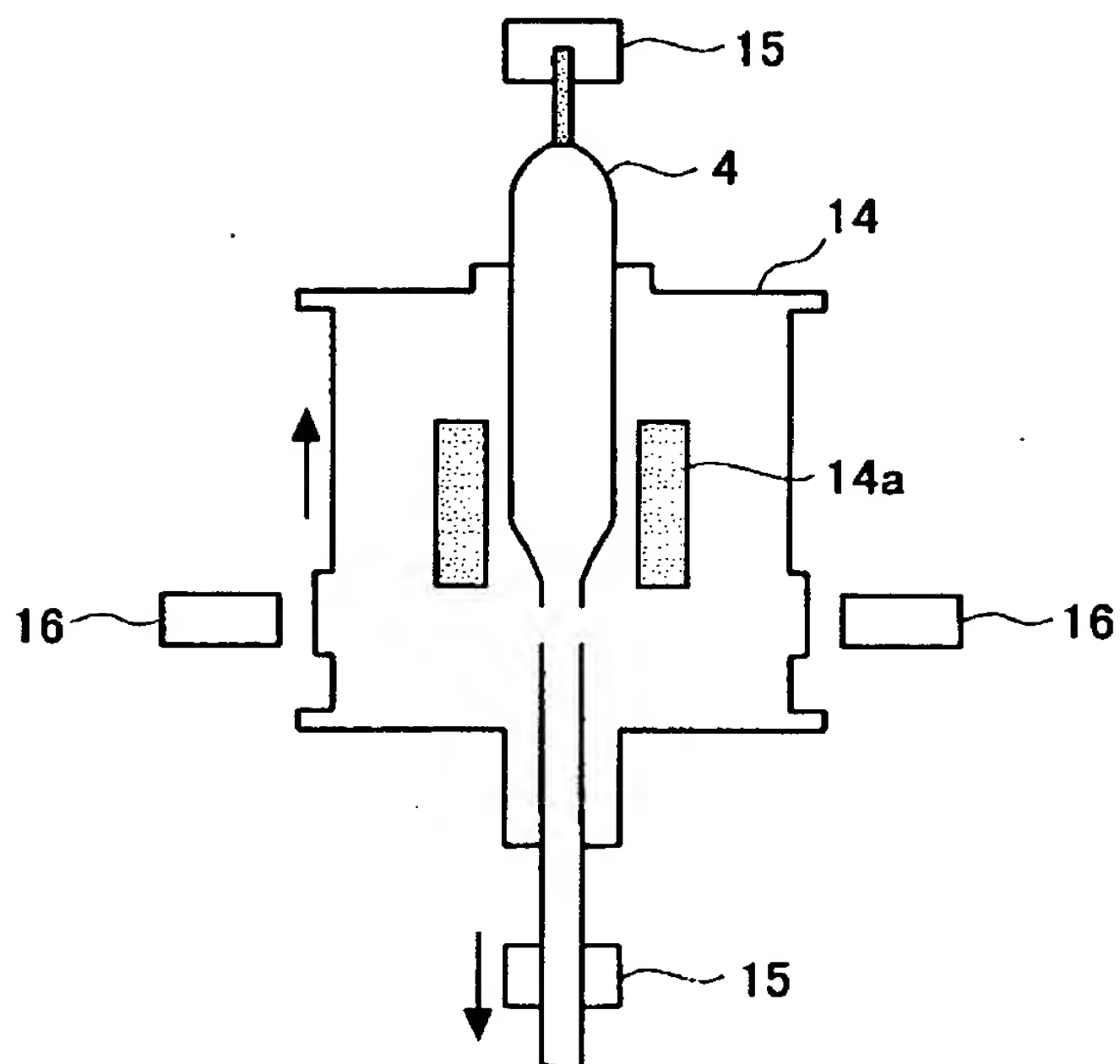
1	多孔質コアロッド
2	コア
3	第 1 クラッド
4	コアロッド
5	多孔質第 2 クラッド
1 1	反応容器
1 2	コアバーナー
1 3	クラッドバーナー
1 4	電気炉
1 4 a	ヒーター
1 5	チャック
1 6	外径測定器
1 7	バーナー

【書類名】 図面

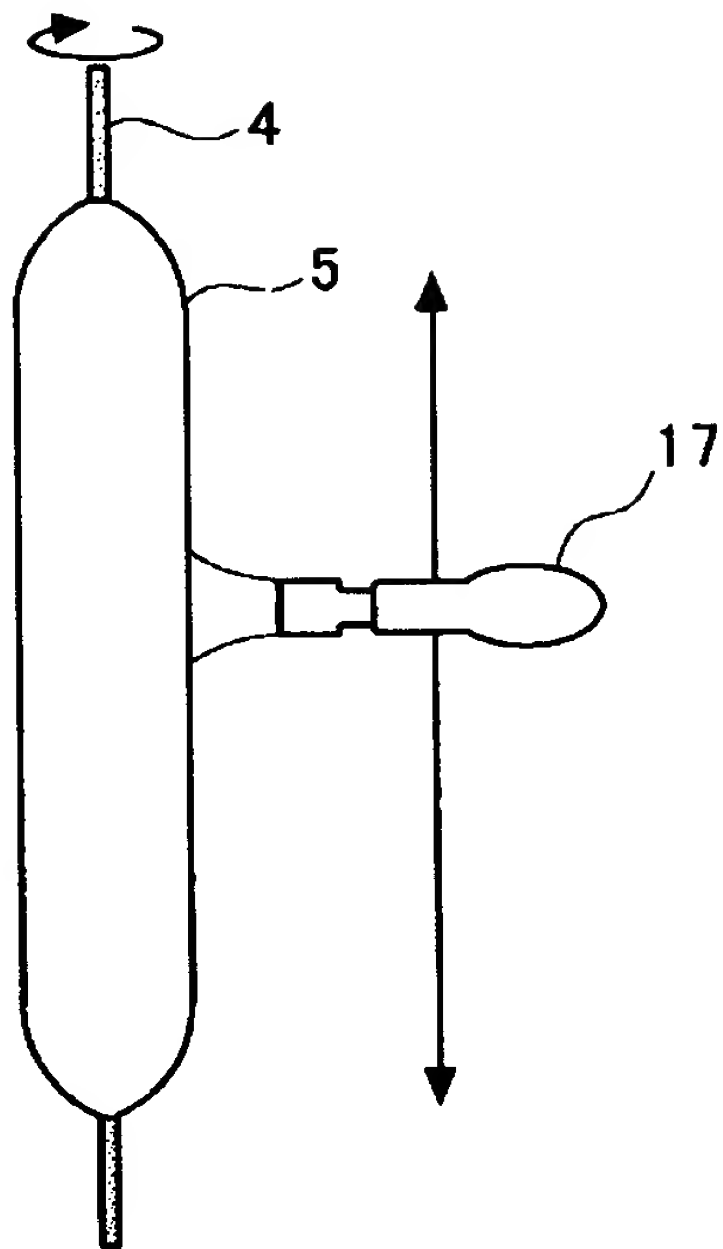
【図 1】



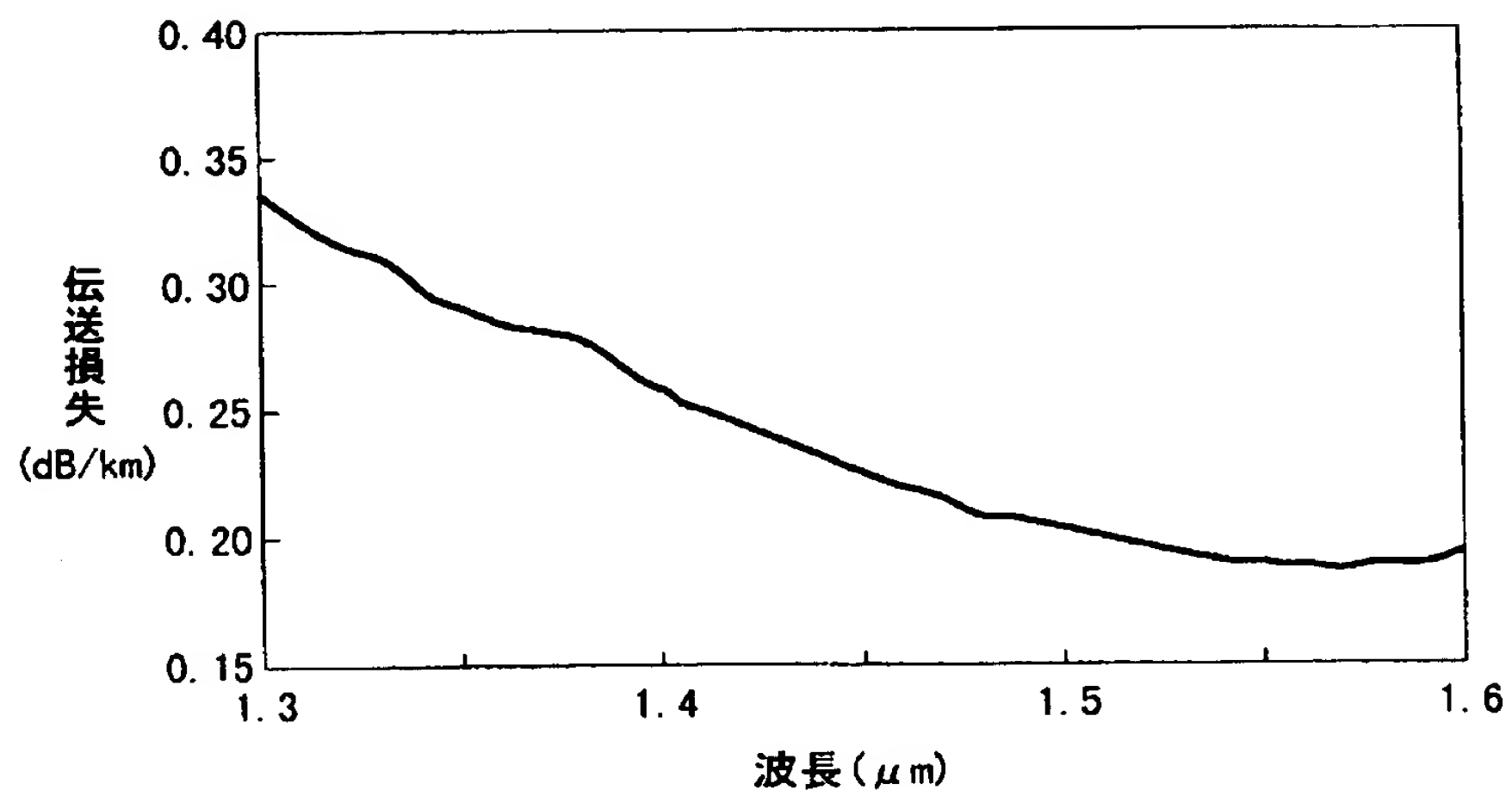
【図 2】



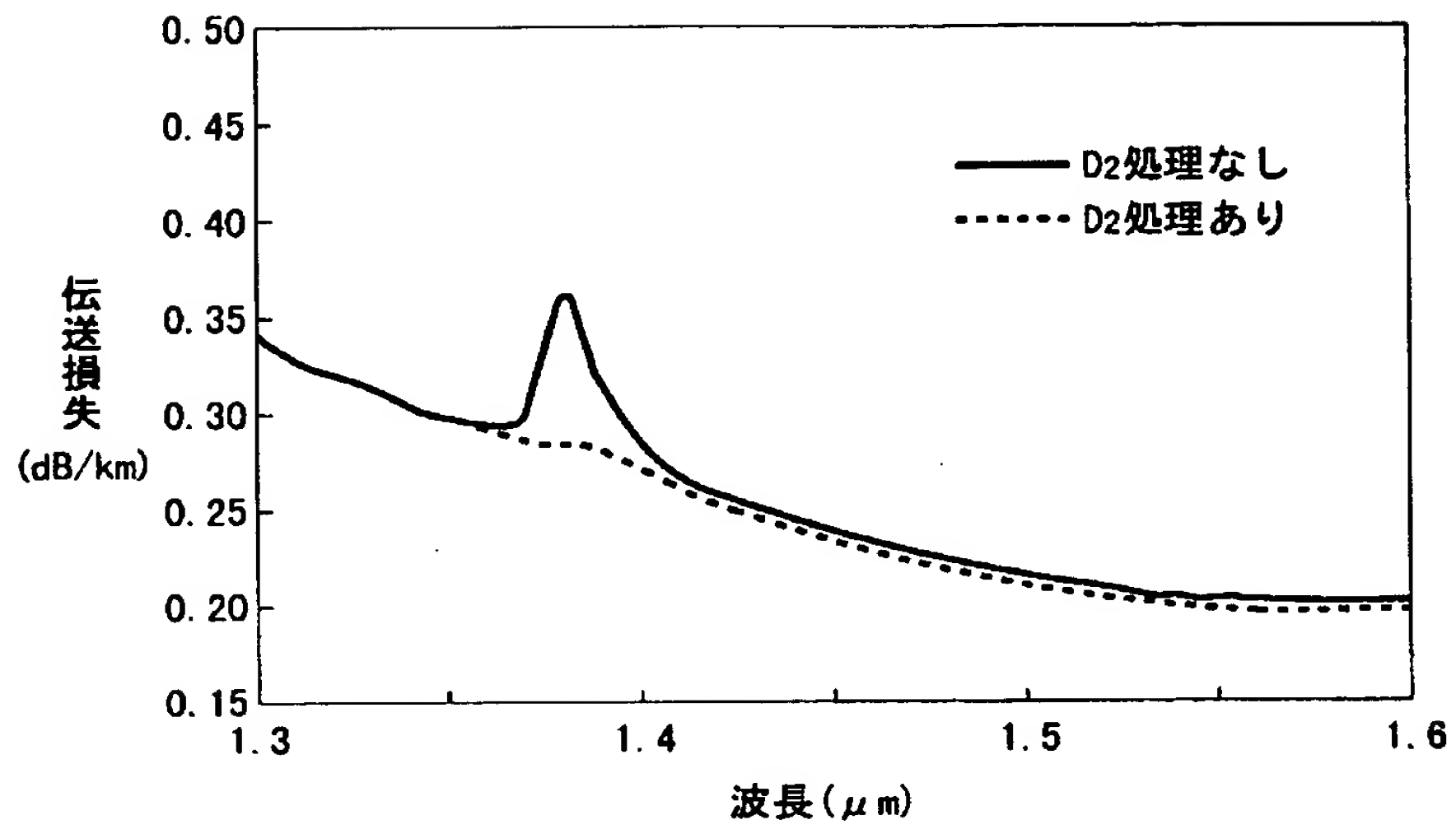
【図 3】



【図 4】



【図 5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 約 1 3 0 0 - 1 6 0 0 n m の全波長領域で望ましい伝送特性を有する光ファイバ母材の製造方法および光ファイバの製造方法を提供する。

【解決手段】 気相軸堆積法で、外径 d のコアを囲むように外径 D の第 1 クラッドを堆積させ、 $D/d \geq 4.0$ である多孔質コアロッドを形成し、前記多孔質コアロッドを脱水して水酸基の濃度を重量比で 0.8 p p b 以下にし、透明化してコアロッドを形成し、前記透明化したコアロッドを加熱して延伸し、前記延伸したコアロッドの周囲に気相堆積法で多孔質第 2 クラッドを堆積させ、前記多孔質第 2 クラッドを水酸基の濃度が重量比で 5 0 p p m 以下になるように脱水し、透明化して光ファイバ母材を製造し、この光ファイバ母材を線引きした後、重水素ガス雰囲気中に所定時間保持する。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 5 2 9 0]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 9 日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区丸の内 2 丁目 6 番 1 号

氏 名 古河電気工業株式会社